

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19)日本国特許庁 (J P)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-202187

(43)公開日 平成10年(1998)8月4日

(51) Int. Cl.⁶
B07B 1/00

識別記号

府内整理番号

F I

B07B 1/00

技術表示箇所

Z

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平9-12927

(22)出願日 平成9年(1997)1月27日

(71)出願人 000004628

株式会社日本触媒

大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号

(72)発明者 柿田 洋幸

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内

(72)発明者 丸尾 立男

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内

(72)発明者 奥田 純男

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内

(74)代理人 弁理士 松本 武彦

最終頁に続く

(54)【発明の名称】粒子状親水性重合体の分級方法およびふるい分け装置

(57)【要約】

【課題】 細かい分離粒子径での分級を効率よく行うことができ、ふるい分け装置の本来有している分離能力を発揮できるような粒子状親水性重合体の分級方法およびふるい分け装置を提供する。

【解決手段】 ふるい分け装置を加熱した状態および／または保温した状態で用いる、ふるい分け装置を30～100℃の温度範囲で用いる、あるいはふるい分け装置を粒子状親水性重合体に対して20℃よりも低くない温度で用いる乾式粒度分級方法、および、加熱手段および／または保温手段を備えた乾式粒度分級ふるい分け装置。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 粒子状親水性重合体をふるい分け装置を用いて乾式粒度分級する方法であって、ふるい分け装置を加熱した状態および／または保温した状態で用いることを特徴とする粒子状親水性重合体の分級方法。

【請求項2】 粒子状親水性重合体をふるい分け装置を用いて乾式粒度分級する方法であって、前記ふるい分け装置を30～100℃の温度範囲で用いることを特徴とする粒子状親水性重合体の分級方法。

【請求項3】 粒子状親水性重合体をふるい分け装置を用いて乾式粒度分級する方法であって、前記ふるい分け装置を前記粒子状親水性重合体の温度に対し20℃よりも低くない温度で用いることを特徴とする粒子状親水性重合体の分級方法。

【請求項4】 粒子状親水性重合体の温度が40～100℃である請求項1～3のいずれかに記載の粒子状親水性重合体の分級方法。

【請求項5】 ふるい分け装置が、45μm～300μmのふるい網目開きのふるい網面を有する請求項1～4のいずれかに記載の粒子状親水性重合体の分級方法。

【請求項6】 粒子をふるい分けにより乾式粒度分級する装置であって、加熱手段および／または保温手段を備えることを特徴とするふるい分け装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、粒子状親水性重合体の分級方法およびふるい分け装置に関する。さらに詳しくは、凝集剤、凝結剤、土壤改良剤、土壤安定剤、増粘剤等に好適に用いられる水溶性重合体や、生理用ナプキン、紙おむつ等の衛生材料用吸収剤として、あるいは農園芸用分野、土木業分野において保水剤、脱水剤等として幅広い用途に応用されている吸水性樹脂などの粒子状親水性重合体を、高い精度で生産性よく粒度分級する方法および該粒度分級に適したふるい分け装置に関する。

【0002】

【従来の技術】一般に粉粒体の分級操作に際しては、風力分級やふるい分け等の乾式分級が採用されている。例えば300μm以下の小さい粉粒体の分級には風力分級が適しているといわれるが、風力分級には大きい装置が必要であるという問題がある。一方、ふるい分けは、風力分級に比較してコンパクトな装置ですむが、例えば300μm以下の小さい粉粒体を分級するには分級効率が低かったり、分級能力が小さくなったりするという問題がある。

【0003】中でも、粒子状親水性重合体を分級する際に従来の方法でふるい分けを行うと、短時間の操作でふるい網面が閉塞し分級効率および分級能力が低下する場合があった。また、分離粒子径が300μm以下と小さい場合には、ふるい網面を通過した細かい粒子径のもの

からなる製品の中に大きな粒子径のものが混入するという問題が生じた。特に近年開発されたアルガイヤ (A11gaiyer) 社のタンブラシフタ (Tumbler-Screening machines) のような、ふるい網面を螺旋状に動かすふるい分け装置は分級能力が高く、細かい粒子の分級に有効なものであるが、かかる分級能力の高いふるい分け装置ほど上記の問題が顕著であり、本来有している高い分級能力を発揮させることができないという問題があった。

10 【0004】

【発明が解決しようとする課題】したがって、本発明の課題は、細かい分離粒子径での分級を効率よく行うことができ、ふるい分け装置の本来有している分級能力を発揮できるような粒子状親水性重合体の分級方法およびふるい分け装置を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、粒子状親水性重合体、特に分離粒子径が小さいものの分級の際に上記の問題が生じる原因について鋭意検討を重ねた結果、粒子状親水性重合体に含まれる水分により、ふるい網面を粒子が通過する前後で凝集物が形成されることを見出した。

20 すなわち、ふるい網面を通過した粒子状親水性重合体が、水分によってふるい分け装置の内壁面に付着し、さらには大きな凝集物を形成し、ふるい分け装置の振動によって該凝集物が剥がれ落ちるために、分離粒子径よりも大きな粒子径のものが製品に混入するのである。また、ふるい網面を通過する前に凝集が起きた場合には、ふるい網面の目つまりの原因となる。

【0006】そこで、本発明者らは、粒子状親水性重合体に含まれる水分による凝集を抑えるべくふるい分け装置を加熱した状態または保温した状態で用いる等により、上記問題点が改善されることを見出し、本発明に到達した。すなわち、本発明は粒子状親水性重合体をふるい分けによって乾式粒度分級するに際し、ふるい分け装置を加熱した状態および／または保温した状態で用いる、前記ふるい分け装置を30～100℃の温度範囲で用いる、または前記ふるい分け装置を前記粒子状親水性重合体の温度に対し20℃よりも低くない温度で用いることを特徴とする粒子状親水性重合体の分級方法である。

40 【0007】さらに、本発明は、粒子をふるい分けにより乾式粒度分級する装置であって、加熱手段および／または保温手段を備えることを特徴とするふるい分け装置をも提供する。本発明は、粒子状親水性重合体の温度が40～100℃である場合、ふるい分け装置が、45μm～300μmのふるい網目開きのふるい網面を有する場合に有効である。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明をさらに詳しく説明する。本発明において粒子状親水性重合体としては、水

溶性の重合性不飽和基含有单量体、例えば、(メタ)アクリル酸、(無水)マレイン酸、フマール酸、クロトン酸、イタコン酸、2-(メタ)アクリロイルエタンスルホン酸、2-(メタ)アクリロイルプロパンスルホン酸、2-(メタ)アクリラミド-2-メチルプロパンスルホン酸、ビニルスルホン酸、スチレンスルホン酸、等のアニオン性单量体やその塩、(メタ)アクリラミド、N-置換(メタ)アクリラミド、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、メトキシポリエチレングリコール(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコール(メタ)アクリレート、等のノニオン性親水性基含有单量体、N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリラミド、等のアミノ基含有不飽和单量体やそれらの4級化物等、を重合して得られる水溶性重合体の乾燥粉碎物や、該水溶性の重合性不飽和基含有单量体と、重合時に架橋構造を形成させる架橋剤、例えば、分子内に重合性不飽和二重結合を2個以上有する化合物、水溶性の不飽和基含有单量体が有する酸基、ヒドロキシル基、アミノ基等の官能基と反応する基を分子内に2個以上有する化合物、分子内に不飽和結合および单量体の官能基と反応する基をそれぞれ1個以上有する化合物、分子内に单量体の官能基と反応する点を2個以上有する化合物、または单量体成分が重合する際にグラフト結合等により架橋構造を形成し得る親水性高分子等とを重合して得られる吸水性樹脂の乾燥粉碎物が挙げられる。これらの粒子状親水性重合体は、一般に乾燥粉碎物として市販もされており、通常 $1000\mu m$ 以下の粒子径を有している。本発明において粒子状とは、任意形状の粒子であればよく、球状、立方体状、柱状、板状、りんべん状、棒状、針状、繊維状、および不定形状等のものが挙げられる。本発明における該粒子の粒子径としては、 $1000\mu m$ 以下、好ましくは $850\mu m$ 以下のものを対象とする。

【0009】本発明は、分級操作の中の粒度分級、すなわち粉粒体を粒子径によって、二つまたはそれ以上の粒子群に分ける操作に関するもので、その中の溶剤を用いずに分級を行う乾式分級に関するものである。乾式分級には、主に風力分級とふるい分けがあるが、本発明はふるい網面を有するふるい分け装置を使用する分級操作に関する。

【0010】本発明に用いられるふるい分け装置は、ふるい網面を有するものであれば特に限定されず、例えば、バイブレーティングスクリーンやシフタに分類されるものが挙げられる。バイブレーティングスクリーンには、傾斜形、ローヘッド(Low-head)形、ハムマー(Hum-mer)、レーブン(Rheum)、タイロック(Ty-Rock)、ジャイレックス(Grex)、および楕円振動(Eliptex)等があ

り、シフタにはレシプロ(Reciprocating)形、Exolon-grader、Traversator-sieb、Sauer-meyer、ジャイレトリーシフタ(Gyratory)、ジャイロシフタ、およびローテックススクリーン(Rotex)等がある。これらは、①網面の運動形状：円、楕円、直線、円弧、擬似楕円、スパイラル、②振動方式：自由振動、強制振動、③駆動方法：偏心軸、不平衡重錘、電磁石、インパクト、④網面の傾斜：水平式、傾斜式、⑤設置方法：床置式、吊り下げ式、等によって細分類されている。中でも、アルガイヤ(Algaiyer)社のタンブラシフタ(Tumbler-Screening machines)のように、ラジアル傾斜(中央から周辺に材料を分散させるふるい網の傾斜)やタンジェンシャル傾斜(網上の排出スピードをコントロールするふるい網の傾斜)の組み合わせによりふるい網面を螺旋状に動かすふるい分け装置は、比較的細かい粒子の分級に非常に有効であるが、これを粒子状親水性重合体の分級に用いると前記の凝集などの問題が顕著で本来有している分級能力を発揮できない。したがって、本発明を適用することが極めて有効である。タンブラシフタのようふるい分け装置に本発明を適用することによって、粒子状親水性重合体を分級する際にもタンブラシフタ本来の比較的細かい粒子の分級に有効であるという特徴を発揮させることができるとともに、ふるい網面の目づまりの問題や、ふるい網面を通過した粒子がふるい分け装置の内面側壁に付着し、さらには大きな凝集物を形成し、ふるい分け装置の振動によって該凝集物が剥がれ落ち、製品に混入するという問題を防止することができる。このようなふるい分け装置のふるい網面に超音波振動を与えることにより、さらに分級効率を高めることができる。

【0011】本発明は、ふるい分け装置を加熱した状態および/または保温した状態で用いること、ふるい分け装置を 30°C ~ 100°C の温度範囲で用いること、あるいはふるい分け装置を粒子状親水性重合体の温度に対し 20°C よりも低くない温度で用いることを必須とする。つまり、ふるい分け装置の粒子状親水性重合体と接触する部分、特にふるい網面の側壁の温度を粒子状親水性重合体の凝集が起きない程度に調節することにより、粒子状親水性重合体中の凝集を抑えられるので、ふるい網面の目づまりを有効に防止することができ、分級効率および分級能力の低下を防止できる。また、ふるい網面を通過した粒子状親水性重合体が、ふるい分け装置の内面側壁に付着し、さらには大きな凝集物を形成し、ふるい分け装置の振動によって該凝集物が剥がれ落ち、製品に混入するということを防止できる。ふるい網ではなく、ふるい網を固定している型わくの側壁の温度を加熱および/または保温等することが好ましく、さらに分級の最終ふるい網面の側壁の温度を加熱および/または保温等することが特に好ましい。

【0012】本発明における「加熱」とは、積極的に熱を与えることをさす。したがって、「加熱した状態」には、①初期状態においてふるい分け装置に熱を与えて一定温度まで昇温し、その後は熱を与えない場合、②初期状態だけでなく恒常にふるい分け装置に熱を与える場合等が含まれる。一方、「保温」とは、熱は与えないで熱を逃しにくくすること、すなわち温度を下がりにくくすることをさす。したがって、「保温した状態」とは、熱を与えることなく、断熱材をふるい分け装置に巻き付ける等して熱を逃げにくくするような場合をさす。本発明においては、「加熱した状態」かつ「保温した状態」としてもよく、熱を積極的に与えながら、断熱材を併用する等してもよい。

【0013】ふるい分け装置を加熱した状態および／または保温した状態とするには、本発明のふるい分け装置を用いるか、ふるい分け装置の置かれている雰囲気温度を上げる等すればよい。本発明のふるい分け装置は、粒子をふるい分けにより乾式粒度分級する装置であって、加熱手段および／または保温手段を備えるものである。例えば、従来公知のふるい分け装置に加熱手段として、電気あるいは蒸気で加熱できるジャケットを設ける、発熱抵抗体を巻き付ける等したり、保温手段として断熱材（保温材）を巻き付ける等することにより簡便に製造できる。もちろんこれらは2つ以上組み合わせて用いてよい。本発明に使用できる断熱材（保温材）は特に限定されないが、例えば、石綿保温材、ロックウール保温材、グラスウール保温材、および耐熱性無機繊維保温材等の繊維質保温材；ケイ酸カルシウム保温材および水性パーライト保温材等の粉末質保温材；ポリスチレンフォーム保温材、硬質ウレタンフォーム保温材、および多泡ガラス保温材等の発泡質保温材；金属箔保温材、およびペーパーハニカム等の空気層保温材などが使用できる。

【0014】ふるい分け装置は30～100℃程度の温度範囲で用いるのが好ましい。より好ましくは40～90℃の温度範囲である。温度が30℃未満では、本発明の効果が得られず、一方、100℃を越える温度にしても100℃以下で得られる効果と変わらず、そのような高温にすることは経済的に不利であるばかりか、ふるい分け装置の分級効率にも悪い影響を及ぼすことがある。

【0015】ふるい分け装置は粒子状親水性重合体の温度に対し20℃よりも低くない温度で用いることが好ましい。より好ましくは10℃よりも低くない温度である。工業的規模で粒子状親水性重合体を取り扱う際に、流動性を確保するため粒子状親水性重合体を室温以上の温度、例えば40～100℃程度、より好ましくは50～80℃程度に加温する場合がある。該粒子状親水性重合体の温度に対しふるい分け装置の温度が20℃よりも低い場合には、加温された状態にある粒子状親水性重合体があるい分け装置で冷却されるため、ふるい網面の目づまりが生じたり、ふるい分け装置の内面側壁に付着

し、さらには大きな凝集物を形成し、ふるい分け装置の振動によって該凝集物が剥がれ落ち、製品に混入するということが生じることがある。

【0016】本発明は、45μm～300μmのふるい網目開きのふるい網面を有するふるい分け装置に適用することが有効である。粒子状親水性重合体は、その粒子径が小さくなるにつれてふるい網面を閉塞させやすくなる傾向があり、分級効率および分級能力を低下させやすい。また、ふるい網面を通過した粒子状親水性重合体が

10 ふるい分け装置の内面側壁に付着し、さらには大きな凝集物を形成し、ふるい分け装置の振動によって該凝集物が剥がれ落ち、製品に混入するということも起こりやすい。したがって、本発明は、45μm～300μmのふるい網目開きのふるい網面を有するふるい分け装置に適用すると効果が著しい。さらには45～250μmのふるい網目開きのふるい網面を有するふるい分け装置に適用することが有効である。

【0017】粒子状親水性重合体のなかで近年その使用量が非常に増大している吸水性樹脂において、該吸水性樹脂中の微粉が、性能面および作業環境面で好ましくない成分であることは当業界においてよく知られていることである。したがって、本発明の方法を粒子状吸水性樹脂の製造プロセスに組み入れることで、大量の製品中から効率よく微粉を除去することができるようになるので、その有用性は非常に大きい。

【0018】本発明にかかるふるい分け装置は前述の保温手段を備えるものであり、上記の粒子状親水性重合体の分級方法に有効であるが、他の従来公知の粉粒体全ての分級にも好ましく使用することができる。例えば、小麦製粉等の穀類、肥料等の農薬品、医薬品、セラミックス、セメント、炭酸カルシウム等の無機塩類、染料、顔料、樹脂ペレット等が挙げられる。

【0019】

【実施例】以下、実施例および比較例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

実施例1

40 アクリル酸およびアクリル酸ナトリウムとトリメチロールプロパントリアクリレートとを水溶液重合し、得られた含水ゲル状重合体を乾燥粉碎して、平均粒子径250μmの吸水性樹脂粉末を得た。

【0020】約60℃の吸水性樹脂粉末を、100kg/hでふるい分け装置に供給した。ふるい分け装置としては、ふるい網目開き850μmのふるい網面と210μmのふるい網面とを重ねたふるい分け装置（タンブラシフタTSM-1600・Allgaier社製）のふた、ふるい網枠、および底部をロックウール保温材で覆ったものを使用した。分級中、保温材で覆われたふるい分け装置のふるい網面側壁は55℃であった。8時間の分級操作中にトラブルはなく、ふるい網目開き210μ

mのふるい網面を通過した吸水性樹脂粉末が得られた。

実施例2

実施例1において、ふるい網面側壁にテープヒーターを巻き、実施例1と同様にロックウール保温材で覆ったふるい分け装置を使用し、ふるい網面側壁を75°Cとした以外は実施例1と同様の操作を行った。

実施例3

実施例1において、ふるい網面側壁にテープヒーターを巻いたふるい分け装置を使用し、ふるい網面側壁を35°Cとした以外は実施例1と同様の操作を行った。

比較例1

実施例1において、保温材を用いないふるい分け装置を使用し、ふるい網面側壁を25°Cとした以外は実施例1と同様の操作を行った。

実施例4

実施例1において、粉碎条件を変更して含水ゲル状重合体を乾燥粉碎して、平均粒子径350nmの吸水性樹脂粉末を得た。

【0021】約50°Cの吸水性樹脂粉末を、150kg/hであるい分け装置に供給した。ふるい分け装置としては、ふるい網目開き850nmのふるい網面を有するふるい分け装置（ジャイロシフタGS-Bタイプ・徳寿工作所製）のふた、押さえ枠、網枠、箱、流し枠、およびアングル枠をテープヒーターおよびアスベスト保温材で覆ったものを使用した。分級中、保温材で覆われたふるい分け装置のふるい網面側壁は50°Cであった。8時間の分級操作中にトラブルはなく、ふるい網目開き850μmのふるい網面を通過した吸水性樹脂粉末が得られた。

比較例2

実施例4において、テープヒーターおよびアスベスト保温材を用いないふるい分け装置を使用し、ふるい網面側壁を20°Cとした以外は実施例1と同様の操作を行った。

【0022】

【表1】

	吸水性樹脂 温度(°C)	ふるい分け 装置温度(°C)	操作性
実施例1	60	55	○
実施例2	60	75	○
実施例3	60	35	△
比較例1	60	25	×
実施例4	50	50	○
比較例2	50	20	×

○ ふるい網側壁およびふるい網への付着がほとんど見られず、分級後の製品に凝集物の混入もない。

△ ふるい網側壁およびふるい網への付着がほとんど見られず、分級後の製品に小さな凝集物が一部混入する。

× ふるい網側壁およびふるい網への付着が見られ、分級後の製品に凝集物が混入する。

【0023】

【発明の効果】本発明によると、粒子状親水性重合体の分級に際し、ふるい網面が閉塞して分級効率や分級能力が低下するという問題が生じない。また、分離粒子径が200μm以下と小さい場合にも、ふるい網面を通過した細かい粒子状親水性重合体がふるい分け装置の内壁面に付着し、さらには大きな凝集物を形成し、ふるい分け

装置の振動によって該凝集物が剥がれ落ちるために、分離粒子径よりも大きな粒子径のものが製品に混入するという問題も生じない。したがって、従来安定した分級が困難であった分離粒子径での分級が極めて効率よく行え、ふるい分け装置の本来有している分級能力を十分に発揮できる。

フロントページの続き

(72)発明者 初田 卓己

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内